

LC/MS Application News No.25

コチニール色素の分析

コチニールはサボテン科のベニコイチジク等に寄生するカイガラムシ科エンジムの乾燥体で、その抽出物がコチニール色素製剤として使用されています。主成分はアントラキノン系のカルミン酸と呼ばれる化合物で、通常グルコース配糖体として存在します。この色素は光に強いので多くの食品に使用されており、食品中のコチニール色素の分析は不可欠です。通常、分析法はHPLCによる方法ですが、食品抽出物などではマトリックスの影響を受けやすく、信頼性の高い分析は困難です。そこで、エレクトロスプレー法を使用したLC/MSで検討を行いました。LC/MSで測定する場合、目的化合物の解離を抑制させる条件では感度の低下を生じます。しかし、水溶性化合物を分析する際は、逆相系カラムを使用する場合や酸などで解離を抑制させる場合が多く、LC/MSには不都合です。今回はこのような化合物を保持するため、揮発性イオンペア剤を使用して検討を行いました。結果はカルミン酸がイオンペア剤を使用することで

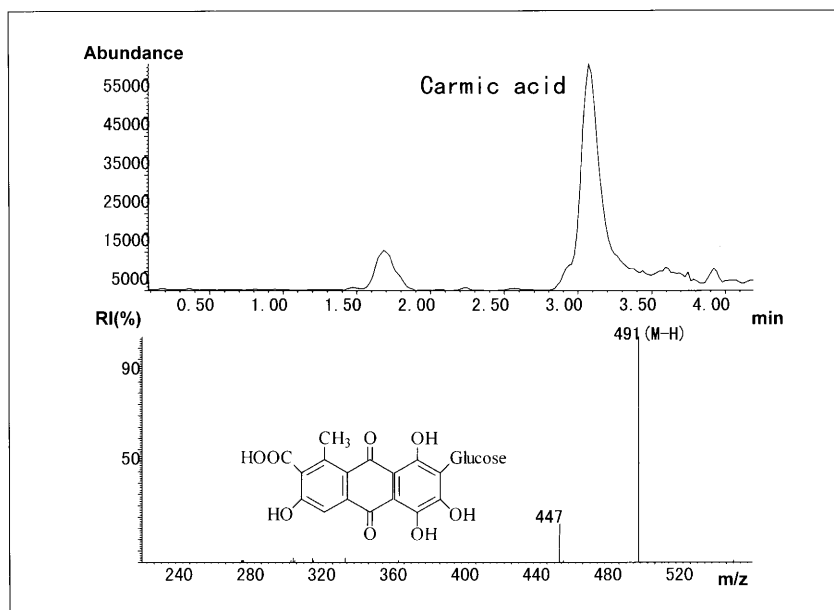


Fig. 1 TIC and mass spectrum of Cochinela extract (100ng)

保持でき、マススペクトルはプロトンが脱離した擬分子イオンがベースピークとして観察されました。SIMモードにおいては10ppbで測定可能でした。

Table 1 HPLC and MS conditions

HPLC		MS	
Instrument	: HP1100	Instrument	: HP1100MSD
Column	: Inertsil ODS3 (150mm, 2.1mm, 5 μ m)	Mass range	: 100~400m/z
Mobile phase A	: 0.1% ion pair-reagent	Ionization	: Electrospray
Mobile phase B	: CH ₃ CN	Fragmentor	: 70V
Gradient elution	: B 10% (0min) → 70% (20min)	Nebulizer	: N ₂ (40psi)
Flow rate	: 0.2ml/min	Drying gas	: N ₂ (8 l/min, 350°C)
Oven temp.	: 40°C	Mode	: Negative
Injection vol.	: 30 μ l		

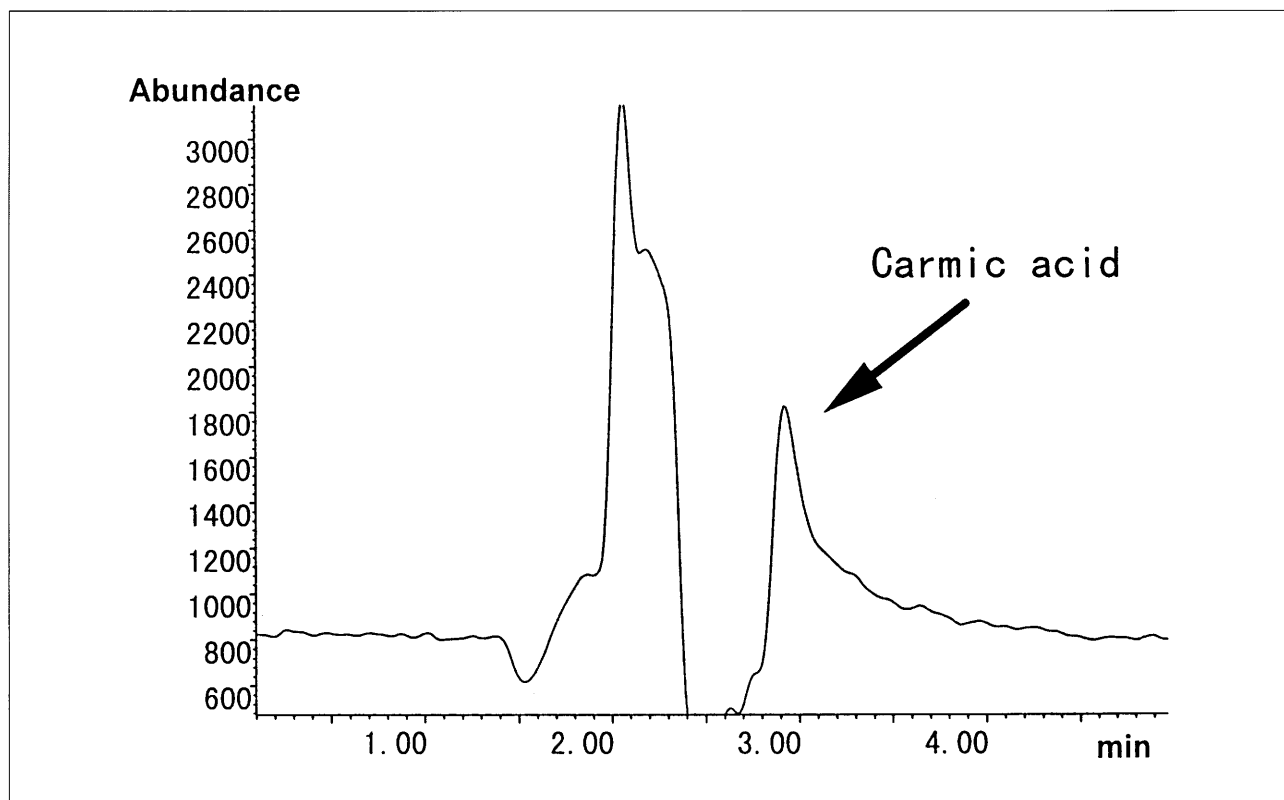


Fig. 2 SIM Chromatogram of Cochinela extract (30pg)